

Pengaruh Suhu Reaksi dan Kecepatan Pengadukan pada Sintesa Hidroksiapatit dari Kulit Kerang Darah (*Anadara Granosa*) dengan Metode Hidrotermal Suhu Rendah

Dewi Indah Pratiwi¹⁾, Ahmad Fadli²⁾, Zultiniar²⁾

¹⁾Mahasiswa Jurusan Teknik Kimia, ²⁾Dosen Jurusan Teknik Kimia

Fakultas Teknik Universitas Riau

Kampus Binawidya Jl. HR. Soebrantas KM 12,5 Pekanbaru Kode Pos 28293

jmharyono@yahoo.com/085214004626

ABSTRACT

Hydroxyapatite (HA) is a ceramic material that widely used for bone implants as biocompatible and bioactive properties. Sea shells can be used as a source of calcium to produce hydroxyapatite. The purpose of this research was to determine the effect of rate stirrer and the reaction temperature on the synthesis of hydroxyapatite from sea shells with a low temperature hydrothermal method. The procedure was started with calcining sea shells into CaO at a temperature of 1000°C for 24 hours. Then 55.63 g of $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ was dissolved in 600 mL of water and 45.91 g of CaO was added into the solution at temperature variation of 70°C, 80°C, 90°C and stirring rate of 200 rpm, 250 rpm, 300 rpm until it forms a paste. The paste was dried in an oven at 120°C for 15 hours. Then the dried paste was crushed and calcined at a temperature of 900°C for 1 hour. The results showed that the size of hydroxyapatite crystals at 70°C is 63.43 nm, while the crystal with the size of 52.48 nm obtained when the temperature was increased to 90°C. The rate of stirrer of 200 rpm, the crystal with the size of 62.92 nm obtained, it decrease to 52.48 nm when the stirring rate increased 300 rpm. FTIR analysis showed that the hydroxyapatite is formed at the calcination temperature of 900°C. HA at a reaction temperature of 90°C with the stirring rate of 300 rpm to meet the standards as a bone filler (bone filler) synthetic.

Keywords: *Crystallinity, Hydrothermal, Hydroxyapatite and Sea Shells*

1. Pendahuluan

Banyaknya berbagai kasus penyakit tulang pada manusia semakin meningkatkan jumlah kebutuhan tulang implan [Darwis, 2008]. Salah satu penyebab kerusakan tulang adalah kecelakaan pada lalu lintas. Pada tahun 2009 telah terjadi sedikitnya 57.726 kasus kecelakaan di jalan raya [Departemen Perhubungan, 2010]. Selain kematian, kecelakaan dapat menimbulkan dampak lain yaitu fraktur yang dapat menyebabkan kerusakan pada struktur tulang. Fraktur adalah terputusnya kontinuitas tulang yang

disebabkan oleh kekuatan yang tiba-tiba dan berlebihan pada tulang, yang dapat berupa pemukulan, penghancuran, penekukan, pemuntiran atau penarikan [Smeltzer, 2001].

Tulang merupakan jaringan yang berfungsi sebagai rangka, penyokong dan pelindung organ tubuh serta sebagai penghubung antar otot sehingga menyebabkan terjadinya gerakan [Rivera, 2011]. Kerusakan pada tulang mengakibatkan terganggunya fungsi tersebut sehingga tulang perlu diperbaiki. Dewasa ini, penggunaan *biomaterials* sebagai tulang implan

merupakan salah satu alternatif yang telah banyak dikembangkan. *Biomaterials* merupakan material yang berfungsi mengembalikan dan meregenerasi jaringan hidup yang rusak [Park dkk, 2000]. Salah satu bahan biomaterial yang dapat digunakan adalah hidroksiapatit.

Hydroxyapatite (HA) merupakan komponen mayoritas yang membentuk tulang dan gigi manusia [Dahotre, 2008]. Bahan baku yang dapat digunakan untuk membuat hidroksiapatit banyak ditemukan di alam, misalnya batu kapur, cangkang telur, batu karang dan kulit kerang. Hasil perikanan Indonesia pada tahun 2003 dan 2004 untuk komoditas kulit kerang dihasilkan sekitar 2,752 ton [Departemen Kelautan dan Perikanan, 2005]. Melihat besarnya jumlah limbah kulit kerang yang dihasilkan, maka diperlukan upaya untuk menanganinya agar limbah tersebut memiliki nilai jual yaitu dengan memanfaatkannya sebagai bahan baku alami untuk memproduksi hidroksiapatit sebagai substitusi komponen tulang. Kandungan terbesar kulit kerang berupa kalsium karbonat yaitu sebesar 66,70%, 22,28% magnesium karbonat, 12,88% silika karbonat dan sebagian kecil materi anorganik lain [Maryam, 2006].

Beberapa peneliti telah melakukan sintesis hidroksiapatit dengan berbagai cara antara lain metode presipitasi, metode sol gel dan metode hidrotermal untuk aplikasi biomedik. Pada penelitian ini, dilakukan sintesa hidroksiapatit dengan bahan baku kulit kerang darah menggunakan metode hidrotermal suhu rendah. Metode ini dipilih karena relatif sederhana tanpa menggunakan peralatan yang rumit dan mahal. Selain itu juga mempunyai beberapa keuntungan seperti reaksi yang terjadi cepat dan kemurnian tinggi [Riyani, 2005].

Pada penganalisaan karakteristik hidroksiapatit digunakan *X-ray diffractometer* (XRD), *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dan *Fourier Transform*

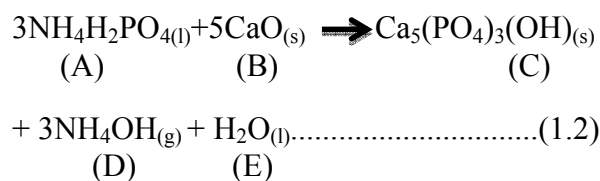
Infra Red (FTIR). Analisa ini digunakan untuk mengetahui karakteristik dari hidroksiapatit yang dihasilkan.

X-ray diffraction (XRD) digunakan untuk mengamati puncak-puncak terbentuknya hidroksiapatit. Metode ini dapat digunakan untuk menentukan sistem kristal, parameter kisi, derajat kristalinitas dan fase yang terdapat dalam suatu sampel serta dapat mengetahui jenis senyawa yang terkandung secara kualitatif [Amrina, 2008]. Analisa XRD dapat digunakan untuk menentukan ukuran diameter dari material yang dianalisa menggunakan persamaan *scherrer*, yaitu :

$$D : \frac{K\lambda}{\beta \times \cos \theta} \dots \dots \dots (1.1)$$

Analisa *Scanning Electron Microscopy* (SEM) digunakan untuk mengamati morfologi dari suatu sampel. Morfologi merupakan bentuk atau keadaan permukaan suatu material. Analisa *Transform Infrared* (FTIR) *Spectroscopy* berguna untuk mengidentifikasi gugus fungsi sampel seperti karbonat dan fosfor.

Pada penelitian ini, *ammonium hydrogen phosphate* [NH₄H₂PO₄] dilarutkan terlebih dahulu didalam air [persamaan (1.2)] kemudian direaksikan dengan CaO sehingga reaksinya menjadi sistem cair-padat :



Dimana:

- A = *liquid* NH₄H₂PO₄
- B = padatan CaO
- C = produk Ca₅(PO₄)₃OH
- D = produk NH₄OH
- E = produk H₂O

Pada suhu rendah, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ lebih mudah larut didalam air daripada CaO . Karena CaO lebih mudah larut pada suhu tinggi. Oleh karena itu, karena pada penelitian ini menggunakan suhu rendah, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ terlebih dahulu dilarutkan dengan air setelah itu direaksikan dengan CaO .

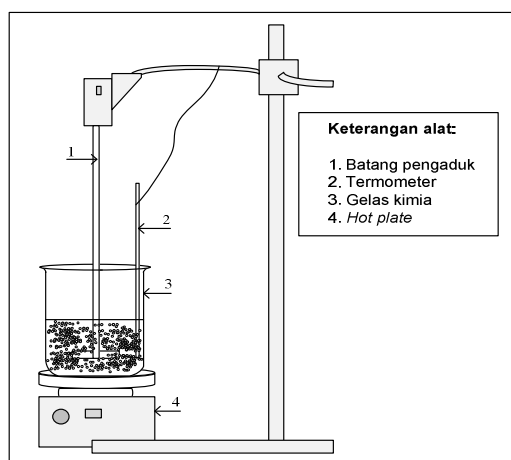
Pada reaksi heterogen cair-padat, *liquid* $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ (A) berdifusi ke permukaan luar CaO (B) dan reaksi terjadi dari lapisan luar (R), makin lama makin masuk ke lapisan makin dalam (r_c), dan akhirnya zat padat akan habis bereaksi sempurna.

2. Bahan dan Metode

2.1. Bahan dan Alat

Bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini yaitu kulit kerang darah, $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, aquades. Sedangkan alat yang digunakan terdiri dari: *furnace*, termometer raksa, *oven*, *hot plate*, *stirrer*, gelas kimia, XRD, AAS, FTIR dan SEM.

Rangkaian alat yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada gambar 2.1



Gambar 2.1. Rangkaian alat sintesa hidroksiapatit

Variabel Penelitian

- Variabel tetap :
 1. Kerang halus 45,91 gram
 2. $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ 55,63 gram

3. Akuades 600 mL
4. Ukuran partikel kulit kerang - 100+200 *mesh*
5. Suhu kalsinasi 900°C

• Variabel berubah :

1. Suhu reaksi (70°C, 80°C, 90°C)
2. Kecepatan pengadukan reaksi (200 rpm, 250 rpm, 300 rpm)

2.2. Persiapan Bahan baku

Proses perlakuan kulit kerang dimulai dengan pembersihan kulit kerang dari kotoran makro, seperti : pasir, lumpur, dll. Kemudian kulit kerang dikeringkan diudara terbuka. Kulit kerang selanjutnya ditumbuk halus menggunakan penumbuk lesung dan diayak menggunakan ayakan santan. Kerang halus kemudian dikalsinasi menggunakan *furnace* pada suhu 1000°C selama 24 jam sehingga didapatkan kalsium [Dahlan dkk, 2009]. Kemudian kerang halus diayak dengan ayakan yang berukuran -100+200 *mesh*. Hasil ayakan berupa serbuk kemudian diuji dengan AAS untuk mengetahui kadar kalsiumnya. Serbuk ini selanjutnya disebut CaO .

2.3. sintesa dan karakterisasi hidroksiapatit dari kulit kerang

Sintesa hidroksiapatit dilakukan dengan menggunakan metode hidrotermal suhu rendah yang merujuk pada penelitian Alqap dan Sopyan (2009). CaO yang berasal dari hasil kasinasi kerang halus sebanyak 45,91 gram dicampur dengan 55,63 gram *ammonium dihydrogen phosphate* dan 600 ml akuades. Campuran dimasukkan kedalam gelas kimia 1000 mL dan dipanaskan pada suhu 70°C sambil diaduk menggunakan *stirrer* dengan kecepatan pengadukan 200 rpm. Setelah itu, hasil sintesis berupa pasta selanjutnya dikeringkan didalam oven selama 15 jam pada suhu 120°C. Sampel yang sudah kering kemudian dikalsinasi pada suhu 900°C dengan laju pemanasan selama 1 jam.

Selanjutnya sintesa hidroksiapatit dilakukan dengan variabel suhu reaksi 80°C & 90°C dan kecepatan pengadukan 250 rpm & 300 rpm.

2.4. Karakterisasi Hidroksiapatit

Karakterisasi hidroksiapatit hasil sintesis dilakukan menggunakan SEM, FTIR dan XRD. Analisa XRD, SEM dan FTIR dilakukan di Laboratorium FMIPA-Biologi Universitas Negeri Padang.

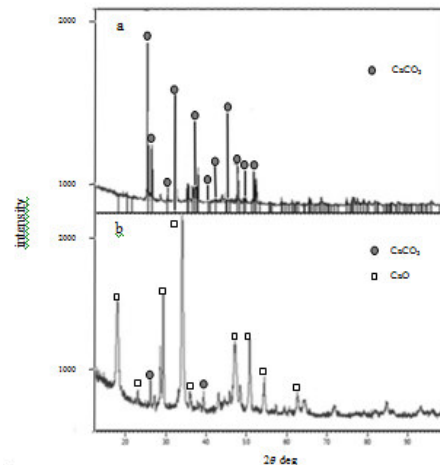
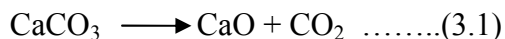
3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Karakteristik Kulit kerang darah

Pada penelitian ini hidroksiapatit dibuat dari bahan baku kulit kerang darah, dimana kulit kerang darah ini dimanfaatkan sebagai sumber kalsium dalam pembuatan hidroksiapatit. Kadar kalsium (Ca^{2+}) dalam kulit kerang darah dari hasil kalsinasi kemudian dianalisa dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectrometer* (AAS). Persentase Ca yang diperoleh sebesar 76,2%.

Gambar 3.1 menunjukkan difraktogram hasil sintesis hidroksiapatit sebelum kalsinasi dengan kecepatan pengadukan 300 rpm dan suhu 90°C. Kulit kerang halus sebelum kalsinasi pada Gambar 3.1 (a) memperlihatkan fasa yang muncul adalah kalsium karbonat. Kulit kerang halus setelah kalsinasi pada Gambar 3.1 (b) telah menghasilkan CaO yang akan menjadi bahan dasar sintesis hidroksiapatit. Pola difraksi yang dihasilkan dicocokkan dengan data *Joint Crystal Powder Diffraction Standard* (JCPDS) hidroksiapatit yaitu No. 09-0432.

Proses kalsinasi kulit kerang halus bertujuan untuk mereduksi senyawa kalsium karbonat dan menghilangkan senyawa organik lainnya. Keberadaan karbonat dapat mengganggu proses pembentukan kristal HA [Dahlan dkk, 2009]. Kalsium oksida dapat diperoleh dari reaksi 3.1 berikut:

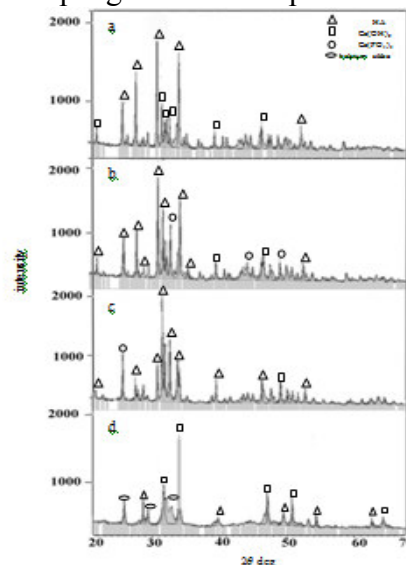


Gambar 3.1 Difraktogram kerang halus sebelum (a) dan setelah (b) kalsinasi dengan suhu 1000°C

3.2 Pengaruh suhu reaksi terhadap kalsinasi hidroksiapatit

3.2.1 Analisa XRD

Gambar 3.2 menunjukkan difraktogram hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan variasi suhu reaksi 70°C, 80°C dan 90°C pada kecepatan pengadukan 300 rpm.



Gambar 3.2 Difraktogram hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan variasi suhu reaksi (a) 70°C, (b) 80°C, (c) 90°C dan (d) sebelum kalsinasi pada kecepatan pengadukan 300 rpm

Difraktogram hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan suhu 70°C pada kecepatan pengadukan 300 rpm pada Gambar 3.2 (a), puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : 31,03°, 27,77°, 34,3°, 31,75°, 25,73°. Kristalinitas yang dihasilkan sebesar 40%. Fasa tertinggi yang muncul yaitu hidroksiapatit. Selain itu masih ada puncak yang dimiliki oleh kalsium hidroksida. Difraktogram hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan suhu 80°C pada kecepatan pengadukan 300 rpm pada Gambar 3.2 (b), puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : 31°, 34,33°, 31,76°, 27,78°, 25,82°. Kristalinitas yang dihasilkan sebesar 55%. Fasa tertinggi yang muncul yaitu hidroksiapatit. Selain itu masih ada puncak yang dimiliki oleh kalsium hidroksida dan kalsium fosfat. Difraktogram hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan suhu 90°C pada kecepatan pengadukan 300 rpm pada Gambar 3.2 (c), teramati puncak-puncak yang mulai menyempit, menandakan kristalinitas dari sampel mulai naik sebesar 80%. Puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : 31,75°, 32,88°, 32,16°, 25,85°, 34,03°. Fasa tertinggi yang muncul yaitu hidroksiapatit. Selain itu masih ada puncak yang dimiliki oleh kalsium hidroksida dan kalsium fosfat. Difraktogram hasil sintesis hidroksiapatit sebelum kalsinasi dengan kecepatan pengadukan 300 rpm dan suhu 90°C pada Gambar 3.2 (d), menghasilkan puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : 34°, 47°, 31,7°, 50,75°, dan 32,18°. Fasa tertinggi yang muncul yaitu kalsium hidroksida. Fasa yang muncul selain kalsium hidroksida adalah hidroksiapatit dan kalsium silika. Hasil sintesis sebelum kalsinasi dengan kecepatan pengadukan 300 rpm dan suhu 90°C belum menghasilkan hidroksiapatit yang sesuai dengan data JCPDS hidroksiapatit yaitu No. 09-0432 dan pola difraksi dari hidroksiapatit komersial.

Hasil perhitungan ukuran diameter kristal dengan persamaan *Scherer* dapat dilihat pada Tabel 3.1.

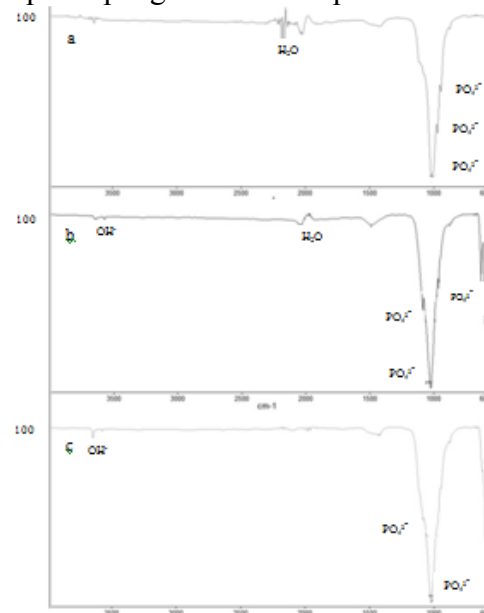
Tabel 3.1 Ukuran diameter kristal pada sampel dihitung dengan persamaan *Scherer*

No	Variabel		Ukuran rata-rata kristalit (nm)
	Suhu (°C)	Kecepatan pengadukan (rpm)	
1	70	300	63,43
2	80		52,85
3	90		52,48

Hasil analisa pada Tabel 3.1 dapat dilihat bahwa semakin meningkatnya suhu reaksi, ukuran diameter kristal yang diperoleh semakin kecil. Semakin tinggi suhu reaksi akan menyebabkan susunan atom dalam sampel semakin teratur sehingga semakin banyak kristal yang terbentuk.

3.2.2 Analisa Gugus Anion PO_4^{3-} , OH^- dan H_2O dengan FTIR

Gambar 3.3 menunjukkan spektrum FTIR hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan variasi suhu reaksi 70°C, 80°C dan 90°C pada kecepatan pengadukan 300 rpm.

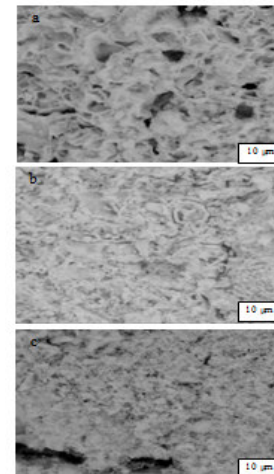


Gambar 3.3 Spektrum FTIR hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan variasi suhu (a) 70 °C, (b) 80 °C dan (c) 90°C dengan kecepatan pengadukan 300 rpm

Hasil analisa FTIR dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada suhu reaksi 70°C ditunjukkan pada Gambar 3.3 (a). Gugus fosfat (PO_4^{3-}) vibrasi asimetri *stretching* hasil kalsinasi terdeteksi pada bilangan gelombang 1019 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa terbentuk kristal pada hasil kalsinasi. Pita fosfat pada spektrum hidroksiapatit komersial hadir sebagai pita kecil pada bilangan gelombang 878 cm^{-1} dan 961 cm^{-1} . Selain itu dalam spektrum hidroksiapatit terlihat pita serapan karakteristik H_2O disekitar 2021 cm^{-1} , 2167 cm^{-1} dan 2182 cm^{-1} . adanya kenaikan intensitas pada pita 2250-2000 cm^{-1} yang merupakan pita dari H_2O dipermukaan dikarenakan sampel HA menyerap air dipermukaannya. Hal ini dikarenakan teknik penyimpanan sampel yang kurang baik yakni tidak menyertakan *silica gel* pada waktu penyimpanannya. Hasil FTIR dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada suhu 80°C ditunjukkan pada Gambar 3.3 (b). Gugus fosfat (PO_4^{3-}) vibrasi asimetri *stretching* hasil kalsinasi terdeteksi pada bilangan gelombang 1025 cm^{-1} dan 1087 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa terbentuk kristal pada hasil kalsinasi. Pita fosfat pada spektrum hidroksiapatit komersial hadir sebagai pita kecil pada bilangan gelombang 963 cm^{-1} . Selain itu dalam spektrum hidroksiapatit terlihat pita serapan karakteristik OH^- disekitar 3643 cm^{-1} dan 630 cm^{-1} . Selain itu dalam spektrum hidroksiapatit terlihat pita serapan karakteristik H_2O disekitar 2036 cm^{-1} . Hasil FTIR dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada suhu 90°C ditunjukkan pada Gambar 3.3 (c). Gugus fosfat (PO_4^{3-}) vibrasi asimetri *stretching* hasil kalsinasi terdeteksi pada bilangan gelombang 1024 cm^{-1} dan 1085 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa terbentuk kristal pada hasil kalsinasi. Selain itu dalam spektrum hidroksiapatit terlihat pita serapan karakteristik OH^- disekitar 3642 cm^{-1} .

3.2.3 Analisis SEM

Struktur kristalin yang dihasilkan pada analisa XRD adalah struktur *monoclinic* dan *hexagonal*. Hasil foto SEM hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan variasi suhu reaksi 70°C, 80°C dan 90°C pada kecepatan pengadukan 300 rpm ditunjukkan pada Gambar 3.4.



Gambar 3.4 Hasil SEM (a) sampel A1 dengan suhu 70°C (b) sampel A2 dengan suhu 80°C (c) sampel A3 dengan suhu 90°C pada kecepatan pengadukan 300 rpm

Hasil observasi sampel yang digunakan adalah 7500x. Partikel pada sampel A1 membentuk agglomerat dan tampak seperti kelompok partikel berukuran besar, sedangkan pada sampel A3 partikel yang dihasilkan berbentuk granular dan tampak seperti kelompok partikel kecil yang rapat.

3.2.4 Yield hidroksiapatit

Yield hidroksiapatit yang dihasilkan ditunjukkan pada Tabel 3.2 sebagai berikut.

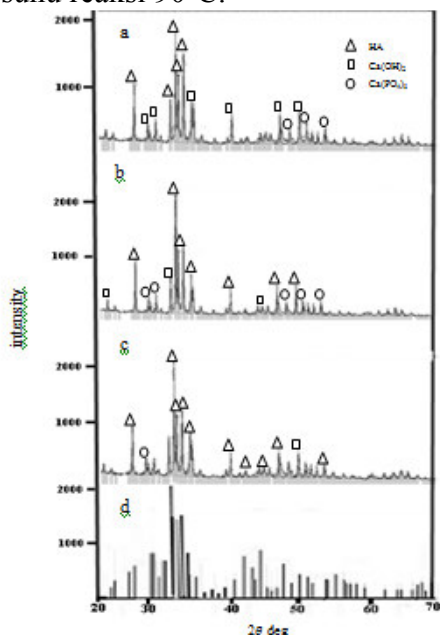
Tabel 3.2 *Yield* hidroksiapatit yang dihasilkan pada variasi suhu reaksi

No	Variabel		Berat kerang halus (gr)	Berat hidroksiapatit (gr)	Yield (%)
	Suhu (°C)	Kecepatan pengadukan (rpm)			
1	70	300	45,91	31,09	67,70
2	80			32,87	71,60
3	90			33,56	73,0

3.3 Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap kalsinasi hidroksiapatit

3.3.1 Analisa XRD

Gambar 3.5 menunjukkan Difraktogram hasil kalsinasi menggunakan metode hidrotermal dengan variasi kecepatan pengadukan 200 rpm, 250 rpm dan 300 rpm pada suhu reaksi 90°C.



Gambar 3.5 Difraktogram hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan variasi kecepatan pengadukan (a) 200 rpm, (b) 250 rpm, (c) 300 rpm pada suhu reaksi 90°C (d) hidroksiapatit yang sesuai dengan JCPDS No. 09-432

Difraktogram hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan kecepatan pengadukan 200 rpm pada suhu reaksi 90°C yang ditunjukkan Gambar 3.5 (a), puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : 31,74°, 32,87°, 32,15°, 25,83°, 31°. Hidroksiapatit yang dihasilkan dengan kristalinitas sebesar 67%. Fasa tertinggi yang muncul yaitu hidroksiapatit. Selain itu masih ada puncak yang dimiliki oleh kalsium hidroksida dan kalsium fosfat. Difraktogram hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan kecepatan pengadukan 250 rpm pada suhu reaksi 90°C yang ditunjukkan Gambar 3.5

(b), puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : 31,77°, 32,91°, 32,18°, 25,87°, 34,05°. Hidroksiapatit yang dihasilkan dengan kristalinitas sebesar 75%. Fasa tertinggi yang muncul yaitu hidroksiapatit. Selain itu masih ada puncak yang dimiliki oleh kalsium hidroksida dan kalsium fosfat. Difraktogram hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada suhu reaksi 90°C yang ditunjukkan Gambar 3.5 (c), teramati puncak-puncak yang mulai menyempit, menandakan kristalinitas dari sampel mulai naik sebesar 80%. Puncak dengan intensitas tertinggi terdapat pada sudut 2θ : 31,75°, 32,88°, 32,16°, 25,85°, 34,03°. Fasa tertinggi yang muncul yaitu hidroksiapatit. Selain itu masih ada puncak yang dimiliki oleh kalsium hidroksida dan kalsium fosfat. Hasil kalsinasi dengan metode hidrotermal dengan bahan dasar CaO dari kulit kerang darah telah menghasilkan hidroksiapatit yang sesuai dengan data JCPDS hidroksiapatit yaitu No. 09-0432 dan pola difraksi dari hidroksiapatit komersial pada Gambar 3.5 (d).

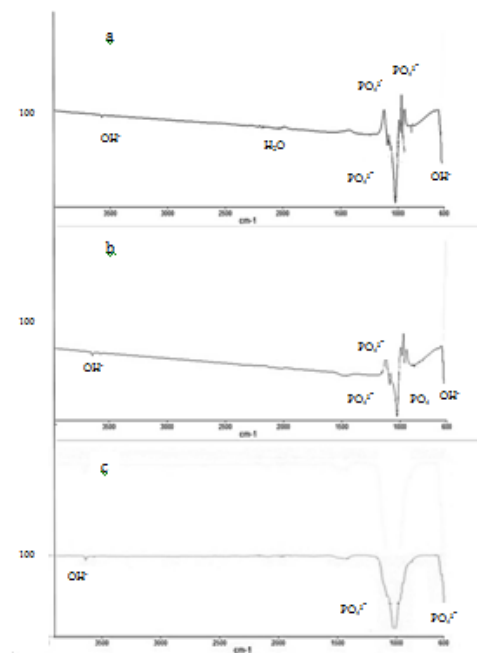
Hasil perhitungan ukuran diameter kristal dapat dilihat pada Tabel 3.3 sebagai berikut.

Tabel 3.3 Ukuran diameter kristal pada sampel dihitung dengan persamaan *Scherer*

No	Variabel		Ukuran rata-rata kristalit (nm)
	Kecepatan pengadukan (rpm)	Suhu (°C)	
1	200	90	62,92
2	250		52,59
3	300		52,48

3.3.2 Analisa Gugus Anion PO_4^{3-} , CO_3^{2-} , OH^- dan H_2O dengan FTIR

Spektrum FTIR hasil kalsinasi menggunakan metode hidrotermal dengan suhu reaksi 90°C pada kecepatan pengadukan 200 rpm, 250 rpm dan 300 rpm (Gambar 3.6)



Gambar 3.6 Spektrum FTIR hasil kalsinasi hidroksiapatit dengan variasi kecepatan pengadukan (a) 200 rpm, (b) 250 rpm dan (c) 300 rpm pada suhu reaksi 90°C

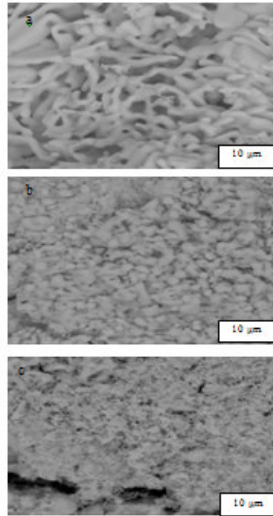
Hasil pengukuran hidroksiapatit menggunakan metode hidrotermal yang disintesis dengan kecepatan pengadukan 200 rpm pada suhu 90°C menggunakan analisa FTIR ditunjukkan pada Gambar 3.6 (a). Gugus fosfat (PO_4^{3-}) vibrasi asimetri *stretching* hasil kalsinasi terdeteksi pada bilangan gelombang 1025 cm^{-1} dan 1241 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa terbentuk kristal pada hasil kalsinasi. Pita fosfat pada spektrum hidroksiapatit komersial hadir sebagai pita kecil pada bilangan gelombang 880 cm^{-1} . Selain itu dalam spektrum hidroksiapatit terlihat pita serapan karakteristik OH^- disekitar 3641 cm^{-1} dan 636 cm^{-1} . Selain itu dalam spektrum hidroksiapatit terlihat pita serapan karakteristik H_2O disekitar 2332 cm^{-1} . Hasil pengukuran hidroksiapatit menggunakan metode hidrotermal yang disintesis dengan kecepatan pengadukan 250 rpm pada suhu 90°C menggunakan analisa FTIR ditunjukkan pada Gambar 3.6 (b). Gugus fosfat (PO_4^{3-}) vibrasi

asimetri *stretching* hasil kalsinasi terdeteksi pada bilangan gelombang 1023 cm^{-1} dan 1087 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa terbentuk kristal pada hasil kalsinasi. Pita fosfat pada spektrum hidroksiapatit komersial hadir sebagai pita kecil pada bilangan gelombang 981 cm^{-1} dan 985 cm^{-1} . Selain itu dalam spektrum hidroksiapatit terlihat pita serapan karakteristik OH^- disekitar 3642 cm^{-1} dan 631 cm^{-1} . Hasil pengukuran hidroksiapatit menggunakan metode hidrotermal yang disintesis dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada suhu 90°C menggunakan analisa FTIR ditunjukkan pada Gambar 3.6 (c). Gugus fosfat (PO_4^{3-}) vibrasi asimetri *stretching* hasil kalsinasi terdeteksi pada bilangan gelombang 1024 cm^{-1} dan 1085 cm^{-1} yang menunjukkan bahwa terbentuk kristal pada hasil kalsinasi. Selain itu dalam spektrum hidroksiapatit terlihat pita serapan karakteristik OH^- disekitar 3642 cm^{-1} .

3.3.3 Analisis SEM

Identifikasi fasa kristal dengan analisis difraksi sinar-X (XRD), juga dikarakterisasi dengan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Bertambahnya kecepatan pengadukan akan menghasilkan hidroksiapatit dengan kristal yang halus [Salimi dkk, 2012]. Berdasarkan analisa XRD, sampel memiliki struktur kristalin *monoclinic* dan *hexagonal*.

Hasil observasi sampel dengan SEM dapat dilihat pada Gambar 3.7. Perbesaran yang digunakan adalah 7500x. Hasil perhitungan juga memperlihatkan hal yang sama, ukuran kristal sampel B3 menghasilkan kristal berukuran nano yaitu ~52,48 nm sementara sampel B1 dan B2 yaitu ~62,92 nm dan ~52,59 nm.



Gambar 3.7 Hasil SEM sintesis hidroksiapatit dengan metode hidrotermal (a) sampel B1 dengan kecepatan pengadukan 200 rpm (b) sampel B2 dengan kecepatan pengadukan 250 rpm (c) sampel B3 dengan kecepatan pengadukan 300 rpm pada suhu 90°C

3.3.4 Yield hidroksiapatit

Yield hidroksiapatit yang dihasilkan ditunjukkan pada Tabel 3.4 sebagai berikut.

Tabel 3.4 *Yield* hidroksiapatit yang dihasilkan pada variasi kecepatan pengadukan

No	Variabel		Berat kerang halus (gr)	Berat hidroksiapatit (gr)	Yield (%)
	Kecepatan pengadukan (rpm)	Suhu reaksi (°C)			
1	200	90	45,91	30,57	66,6
2	250			32,06	69,80
3	300			33,56	73,0

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian ini didapatkan simpulan yaitu :

1. Hidroksiapatit dapat dihasilkan dari kulit kerang darah sebagai bahan baku dengan menggunakan metode hidrotermal suhu rendah.

2. Ukuran diameter kristal hidroksiapatit yang diperoleh dengan variasi suhu reaksi 70 °C, 80 °C dan 90 °C pada kecepatan pengadukan 300 rpm adalah 63,43 nm, 52,85 nm dan 52,48 nm. Sedangkan dengan variasi kecepatan pengadukan 200 rpm, 250 dan 300 rpm pada suhu reaksi 90 °C adalah 62,92 nm, 52,59 nm dan 52,48 nm. Dengan ukuran tersebut, hidroksiapatit lebih mudah penyerapannya di dalam tulang dibandingkan dengan ukuran mikro.
3. Berdasarkan perbandingan dengan referensi, adanya gugus Anion PO_4^{3-} dan OH^- yang disintesis pada suhu kalsinasi 900°C membuktikan bahwa sampel telah terbentuk hidroksiapatit.

Daftar Pustaka

- Alqab, A.S.F., Sopyan, I. (2009). *Low temperature hydrothermal synthesis of calcium phosphate ceramics: effect of excess Ca precursor on phase behaviour*. Indian Journal of Chemistry 48: 1492-1500.
- Amrina, Q.H. (2008). *Sintesa hidroksiapatit dengan memanfaatkan limbah cangkang telur: karakterisasi difraksi sinar-x dan scanning electron microscopy (SEM)*. Departemen Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor : Bogor.
- Dahlan, K., Prasetyanti, F., Sari, Y.W. (2009). *Sintesis hidroksiapatit dari*

- cangkang telur menggunakan dry metode*. Jurnal of Biofisika 5(2):71-78.
- Dahotre, N.B., Paital, S.R. (2009). *Calcium phosphate coatings for bioimplant applications: materials, performance factors and methodologies*. Journal of Materials Science and Engineering R 66:1–70.
- Darwis. 2008. *Aplikasi teknik isotop dan radiasi pada pembuatan biomaterial untuk keperluan klinis*. Institut Pertanian Bogor : Bogor.
- Departemen Perhubungan. 2010. *Kecelakaan lalu lintas pembunuh nomor 2 di Indonesia*. [http://www/poskota.co.id/beritaterkini/2010/04/28/kecelakaan-lalu lintas-pembunuh-nomor-2-di-Indonesia](http://www/poskota.co.id/beritaterkini/2010/04/28/kecelakaan-lalu-lintas-pembunuh-nomor-2-di-Indonesia) diakses pada Kamis, 24 April 2014
- Departemen Kelautan dan Perikanan. 2005. *Hasil perikanan Indonesia*. <http://www.dkp.go.id/content.php>. diakses pada Kamis, 24 April 2014.
- Maryam, S. (2006). *Pengaruh Cangkang Kerang Sebagai Kulit Filler Terhadap Sifat-sifat dari Mortar*. FMIPA: USU.
- Park, S.H., Llinás, A., Goel, V.K., Keller, J.C. (2000). *Hard tissue replacement*. The Biomedical Engineering Handbook: Second Edition. Joseph D. Bronzino. Boca Raton: CRC Press LLC.
- Rivera-Munoz, E.M. (2011). *Hydroxyapatite-based materials: synthesis and characterization*. Journal of Biomedical. ISBN : 978-953-307-309-5.
- Riyani, E. (2005). *Karakterisasi senyawa kalsium fosfat karbonat hasil pengaruh penambahan ion F^- dan Mg*. Journal of Biofisika 1:82-89.
- Smeltzer, S. 2001. *Buku Ajar Keperawatan Medical Bedah Vol 1 Edisi 8*. Jakarta : EGC.